

XP-002436981

(C) WPI / Thomson

AN - 1977-55310Y [31]

AP - SU19742080931 19741208

TI - (N)-Alkyl or (N,N)-dialkyl amino-phenols - prep'd. by alkylation of amino-phenols with alkyl halide in dimethylformamide

IW - N ALKYL AMINO PREPARATION ALKYLATED HALIDE

PA - (KIPH-R) KIEV PHARMACOLOGY

PN - SU523080 A 19740216 DW197731

PD - 1974-02-16

IC - C07C91/30; C08K5/18

DC - A60 B05 E14

AB - N-alkyl- or N, N-dialkyl amino phenols (I) of formula (where R1 is hydrogen, or 1-5C alkyl; R2 is 1-5C alkyl. Cpd's. (I) are used as antioxidants and as starting materials), are physiologically active substances.

They are prep'd. by alkylation of an amino phenol with an alkyl halide in dimethylformamide (II) at room temp. and the addn. of triethylamine (III) as hydrogen acceptor. The method is simple and fast in process giving high yields (80-85%).

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 523080

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 08.12.74 (21) 2080931/04

с присоединением заявки № —

(51) М. Кл.² С 07С 91/30
С 08К 5/18

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.07.76. Бюллетень № 28

(53) УДК 547.233.07
(088.8)

Дата опубликования описания 16.02.74

(72) Авторы
изобретения

А. Г. Фадеичева, Н. И. Мирян, Л. С. Кулик и Л. В. Каринская

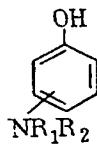
(71) Заявитель

Киевский научно-исследовательский институт фармакологии
и токсикологии

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ N-АЛКИЛ- ИЛИ
N,N-ДИАЛКИЛАМИНОФЕНОЛОВ

1

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения N-алкил- или N,N-диалкиламинофенолов общей формулы



где R₁ представляет собой водород или алкил с 1—5 атомами углерода, а R₂ — алкил с 1—5 атомами углерода, которые используют в качестве антиоксидантов и исходных соединений для получения физиологически активных веществ.

Известны различные способы получения алкиламинофенолов, которые отличаются трудоемкостью, связанны с использованием труднодоступного сырья, проводятся при высоких температурах и под давлением. Наиболее простым из известных методов синтеза алкиламинофенолов является метод прямого алкилирования аминофенолов, в частности, прямое алкилирование аминофенолов соответствующими галоидалкилами проводят в спиртах в присутствии водного раствора щелочи при температуре 90°C [1 и 2].

2

Однако этот способ характеризуется сложностью и трудностью процесса, возможностью протекания побочного процесса О-алкилирования в присутствии щелочи, длительностью процесса, нагревом реакционной массы в течение длительного времени, что способствует осмолению целевых продуктов и снижению их выхода и т. д.

С целью упрощения и интенсификации процесса по предлагаемому способу проводят алкилирование аминофенола галоидалкилом в диметилформамиде при комнатной температуре с добавлением триэтиламина в качестве акцептора водорода.

Предлагаемый способ позволяет получить целевые продукты с высокими выходами 80—85%, исключая нагревание, отмывку неорганической соли; время процесса сокращено до 1 час.

Пример 1. 109 г (1 моль) *n*-аминофенола растворяют в 300 мл диметилформамида, приливают 218 г (150 мл) 2 моль бромистого этила. Реакционную смесь перемешивают. Реакция экзотермична, температура смеси само произвольно поднимается до 70°C. После того, как температура реакционной смеси снизится до 40°C (через 40 мин), при перемешивании приливают 280 мл (2 моль) триэтиламина.

Неорганический осадок — бромистоводородную соль триэтиламина отфильтровывают, фильтрат перегоняют в вакууме.

Выделяют 130 г (80%) N,N-диэтил-*p*-аминофенола; т. кип. 145—147°C/12 мм рт. ст., n_D^{20} 1,5600.

Пример 2. 21,8 г (0,2 моль) *p*-аминофенола растворяют в 100 мл диметилформамиде, приливают при перемешивании 15 мл (0,2 моль) бромистого этила. Реакция экзотермична; после охлаждения реакционной среды до комнатной температуры при перемешивании приливают 27,6 мл (0,2 моль) триэтиламина. Выпавший осадок отфильтровывают, фильтрат перегоняют.

Выделяют 25 г (92%) N-моноэтил-*p*-аминофенола; т. пл. 107°C.

Формула изобретения

Способ получения N-алкил- или N,N-диалкиламинофенолов взаимодействием аминофенола с галоидалкилом в присутствии основания, отличающегося тем, что, с целью упрощения и интенсификации процесса, алкилирование проводят в диметилформамиде при комнатной температуре с добавлением триэтиламина в качестве акцептора водорода.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

[1]. Авт. св. СССР № 192215, кл. С 07C 15 89/00, 91/30, 6.02.67 г.

[2]. Исагулянц В. И. Адель Заки Рафаил, Бахтызова З. В. «Синтез антиокислительных присадок типа N-алкилзамещенных аминофенолов» в сб. «Присадки к маслам», кн. 2. 20 Изд-во «Химия», М., 1968 г. стр. 151—156.

Редактор Т. Никольская

Составитель С. Плужнов

Корректоры: А. Николаева
и В. Дод

Заказ 448/5

Изд. № 1679

Тираж 575

Подпись

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2